

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

**CHEMICAL VAPOR DEPOSITION METHOD**

Patent Number: JP61084375  
Publication date: 1986-04-28  
Inventor(s): NAKADA KIMIO; others: 04  
Applicant(s): TOHO KINZOKU KK; others: 01  
Requested Patent: ☐ JP61084375  
Application Number: JP19840204563 19840929  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C23C16/30  
EC Classification:  
Equivalents: JP61049390B

**Abstract**

**PURPOSE:** To form stably and easily a tungsten carbide film having a dense and smooth surface on the surface of a material to be subjected to vapor deposition by supplying a reactive gas consisting of gaseous WF<sub>6</sub>, H<sub>2</sub> and gaseous C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> into the reaction chamber together with a carrier gas which is an inert gas.

**CONSTITUTION:** The material 4 to be subjected to vapor deposition is imposed on a rotary table 5 in the reaction chamber 3 in a chemical vapor deposition device 1 and is rotated via a revolving shaft 7 by a rotating device 6. Gaseous H<sub>2</sub>, gaseous Ar, gaseous C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> and WF<sub>6</sub> are respectively supplied from cylinders 10-13 into the chamber 3. The material 4 is heated preferably to 350-600 deg.C by a heating furnace 2 provided on the outside of the chamber 2. The reactive gas is composed of WF<sub>6</sub>:H<sub>2</sub>=1:3-1:15 molar ratio and is preferably added with 0.01-0.3 molar ratio C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> with respect to (WF<sub>6</sub>+H<sub>2</sub>). The chemical vapor deposition is executed under the above-mentioned reaction conditions, by which the tungsten film of the columnar structures, by which the tungsten film of the columnar structure consisting essentially of homogeneous W<sub>2</sub>C and having Knoop hardness as high as about 2300-2500HK is formed.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭61-84375

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>

C 23 C 16/30

識別記号

庁内整理番号

8218-4K

④ 公開 昭和61年(1986)4月28日

審査請求 有 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 化学蒸着法

⑰ 特 願 昭59-204563

⑱ 出 願 昭59(1984)9月29日

⑲ 発 明 者 仲 田 公 夫 寝屋川市池田西町26番5号 東邦金属株式会社寝屋川工場内

⑲ 発 明 者 三 喜 田 浩 寝屋川市池田西町26番5号 東邦金属株式会社寝屋川工場内

⑲ 発 明 者 渡 辺 信 淳 長岡京市うぐいす台136番地

⑲ 発 明 者 中 島 剛 京都市大原野3丁目3番29号棟202

⑲ 発 明 者 鄭 容 宝 京都市上京区千本通出水下る十四軒町394番1

⑲ 出 願 人 東邦金属株式会社 大阪市東区北浜3丁目3番地

⑲ 出 願 人 財団法人応用科学研究 京都市左京区田中大堰町四九所

⑲ 代 理 人 弁理士 菅原 弘志

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

化学蒸着法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 六フッ化タングステン、水素ガスおよびシクロプロパンガスを反応ガスとして用い、キャリアガスである不活性ガスとともに反応室内に供給して反応室内の被蒸着物表面に炭化タングステン被膜を形成することを特徴とする化学蒸着法。

(2) 被蒸着物の温度が350～600℃、六フッ化タングステン(WF<sub>6</sub>)と水素ガス(H<sub>2</sub>)との混合比がモル比でWF<sub>6</sub>:H<sub>2</sub>=1:3～1:15、シクロプロパンガスの添加量が六フッ化タングステンと水素ガスを合わせた量に対しモル比で0.01～0.3の反応条件下で被膜の形成を行なう特許請求の範囲第1項記載の化学蒸着法。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は被蒸着物の表面に緻密かつ平滑な炭化タングステン被膜を形成するための化学蒸着法に

関するものである。

(技術的背景)

金属等の表面に化学蒸着法(CVD)によって炭化タングステン被膜を形成する表面硬化法が知られている。この化学蒸着法として従来採用されてきた方法は、六フッ化タングステン(WF<sub>6</sub>)と水素ガス(H<sub>2</sub>)にベンゼン(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>)をアルゴンガス(Ar)をキャリアガスとして添加し、高温に保持された被蒸着物表面に導く方法である。この方法によって炭化タングステンの蒸着被膜を形成することはできるが、ベンゼン(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>)は液体であるため供給操作が難しく、しかも均一な蒸着被膜を形成することのできる反応条件の領域が狭いという問題があった。また、ベンゼンを用いる従来の方法では、形成された被膜表面の平滑さが充分ではなく、実用面で問題があった。

(発明の目的)

この発明は、上記従来の化学蒸着法の問題点を改良し、緻密で平滑な表面を有する炭化タングステン被膜を容易に形成することのできる化学蒸着

法を提供することを目的としている。

(発明の開示)

本発明にかかる化学蒸着法は、六フッ化タングステン、水素ガスおよびシクロプロパンガスを反応ガスとして用い、キャリアガスである不活性ガスとともに反応室内に供給して反応室内の被蒸着物表面に炭化タングステン被膜を形成することを特徴としている。すなわち、従来法におけるベンゼンのかわりにシクロプロパンガスを採用することによってすぐれた炭化タングステン被膜を形成するものであり、シクロプロパンガスがベンゼンと違って気体であるため、適当なキャリアガスを用いることによって安定状態でうまく供給することができるのである。以下これを具体的に説明する。

第1図は本発明を実施するための化学蒸着装置の1例をあらわす系統図であって、この化学蒸着装置1は、外周部に加熱炉2が設けられた管状の堅型反応室をそなえ、その内部に被蒸着物を載置する回転テーブル5が設けられている。回転テ-

3

に供給される混合ガス中の六フッ化タングステン(WF<sub>6</sub>)と水素ガス(H<sub>2</sub>)の混合比率は、モル比でWF<sub>6</sub>:H<sub>2</sub>=1:3~1:15とするのが好ましく、WF<sub>6</sub>:H<sub>2</sub>=1:6~1:12とするのがより好ましい。また、シクロプロパンガス(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)の添加量は、水素ガス(H<sub>2</sub>)と六フッ化タングステン(WF<sub>6</sub>)とを合わせた量(WF<sub>6</sub>+H<sub>2</sub>)に対しモル比で0.01~0.3の割合とするのが好ましく、0.01~0.15の割合とするのがより好ましい。シクロプロパンガス供給用のキャリアガスとしては、入手性等の面でアルゴンガスを用いるのがよいが、他の適当な不活性ガスを用いてもよい。高温に加熱された被蒸着物が混合ガスにさらされると、その表面に炭化タングステン被膜が形成される。この被膜は、W<sub>2</sub>Cを主成分とする柱状組織となるのが普通であり、従来のものに較べて緻密で、しかも平滑な表面をそなえている。また、従来の化学蒸着法による炭化タングステン被膜の400~500℃の比較的低い温度領域におけるヌープ硬度が1800(Hk)程度であり、反応条件によ

5

ブル5は、反応室3の底部に設けられた回転装置6の回転軸7によって保持されている。

反応室3のガス供給口3aには、水素ガスポンベ10、アルゴンガスポンベ11、シクロプロパンガスポンベ12および六フッ化タングステンポンベ13が接続されている。図中、14、15、16、17はそれぞれのガスの流量を調節するためのガス流量調節バルブ、18、19、20は回転浮遊式流量計、21は質量流量計である。反応室3の底部に設けた排気口3bには、排ガス処理槽22とターボファン23が接続されている。また、反応室3の入気側と排気側には、ガスの流通を停止することのできる閉塞用バルブ24、25が設けられている。

この化学蒸着装置1を用いて炭化タングステン被膜を形成するには、被蒸着物4をテーブル5上に載置し、加熱炉2によって所定の温度に加熱するとともに、それぞれのポンベから所定量のガスを反応室内に供給する。蒸着中における被蒸着物の温度は350~600℃とするのが好ましく、400~550℃とするのがより好ましい。反応室3

4

で大きなバラツキを示すのに対し、本発明によって形成される被膜のヌープ硬度は一般に2300~2500(Hk)と高く安定した値を示す傾向がある。これは、従来法による蒸着被膜がW、W<sub>2</sub>C、W<sub>3</sub>C等が混在する不均質組織となりやすいのに対し、本発明の蒸着法では比較的均質なW<sub>2</sub>Cの柱状組織が得られるからであろうと考えられる。

(実施例および比較例)

被蒸着物(基材)としてグラファイト板(IG-11)および無酸素銅板を用い、種々の条件で化学蒸着を行なった結果を第1表に示す。また、実施例2と比較例1で得られた被膜の顕微鏡組織を第2図(a),(b)および第3図(a),(b)に示す。第2図は実施例2の被膜を、第3図は比較例1の被膜をあらわす。いずれも(a)は被膜の表面を、(b)は断面をあらわす。従来法による被膜が10~30μm程度の塊状粒子(積層体)からなる粗い表面を有するのに対し、本発明による被膜は微細な柱状組織を呈し、表面の凹凸も5μm程度と平滑で緻密なものであることがわかる。

6

1 表

実 施 例	試 番	基 材 (被蒸着物)	蒸 着 件 件					蒸着速度 <sup>-1</sup> μm・min	特 性		X バ タ 回 折 (※)			
			温度 ℃	ガ ス 流 量 cm <sup>3</sup> /min					断面硬度 H <sub>k</sub>	断面組織	W	W <sub>2</sub> C	W <sub>2</sub> C	
				WF <sub>6</sub>	H <sub>2</sub>	Ar	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>							C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>
	1	グラファイト板	400	40	320	40	10	—	1.4	2300	柱状単一 W <sub>2</sub> C相		◎	
	2	無酸素銅板	500	40	320	40	10	—	3.3	2500	柱状単一 W <sub>2</sub> C相		◎	
	3	無酸素銅板	450	40	320	40	5	—	2.0	2200	柱状単一 W <sub>2</sub> C相		◎	
	4	無酸素銅板	450	40	320	40	10	—	2.0	2400	柱状単一 W <sub>2</sub> C相		◎	
	5	無酸素銅板	450	40	320	40	50	—	1.5	2300	柱状単一 W <sub>2</sub> C相		◎	
比較例	1	無酸素銅板	500	40	320	40	—	10	2.2	1800	塊状 (W <sub>3</sub> C) <sub>+</sub> W <sub>2</sub> C <sub>+</sub> W	△ ◎ △		
	2	無酸素銅板	600	40	320	40	—	10	6.0	2600	柱状 (W <sub>2</sub> C) <sub>+</sub> W	○	◎	

(註 ※) ◎, ○, △のマークは、それぞれの成分の量をあらわすもので、◎は多、○は中程度、△は少をあらわす。

#### (発明の効果)

以上の説明から明らかなように、本発明にかかる化学蒸着法は、緻密で平滑な安定した炭化タングステ被膜を容易に形成することのできるきわめてすぐれたものである。

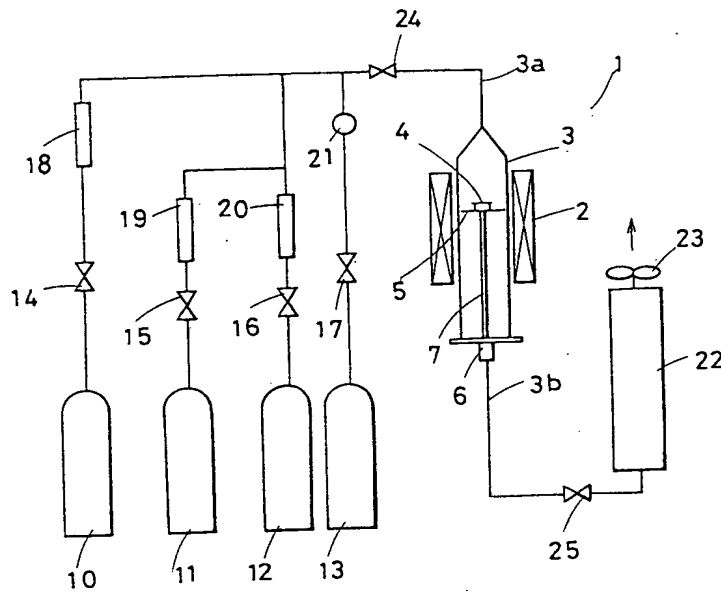
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施に用いられる化学蒸着装置の1例をあらわす系統図、第2図および第3図はそれぞれ実施例と比較例における炭化タングステン蒸着被膜の(a)表面顕微鏡写真( $\times 1000$ )および(b)断面顕微鏡写真( $\times 400$ )である。

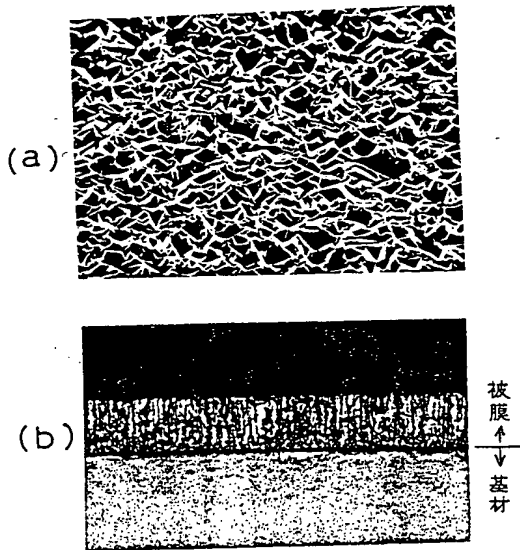
1…化学蒸着装置、2…加熱炉、3…反応室、  
4…被蒸着物、5…テーブル。

特 許 出 願 人 財 団 法 人 応 用 科 学 研 究 所  
特 許 出 願 人 東 邦 金 属 株 式 会 社  
代 理 人 弁 理 士 菅 原 弘 志

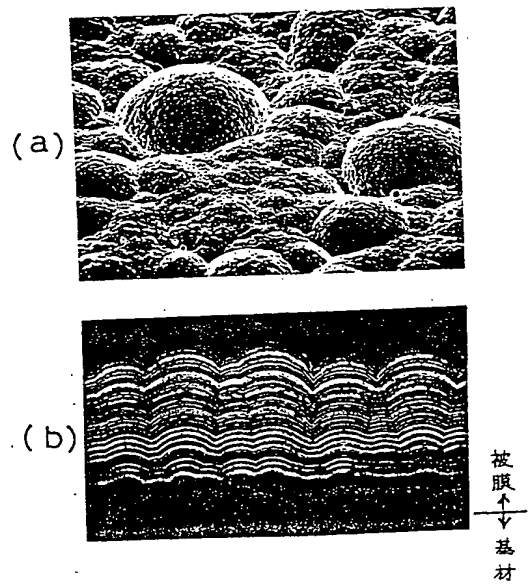
第 1 図



第 2 図



第 3 図



手 続 補 正 書

昭和60年2月28日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示 昭和59年特許願第204563号

2. 発明の名称 化 学 蒸 着 法

3. 補正をする者

事件との関係 特 許 出 願 人

住所(居所) 大阪府大阪市東区北浜3丁目3番地

氏名(名称) 東 邦 金 属 株 式 会 社

代表取締役 岩 井 靖 裕

住所(居所) 京都府京都市左京区田中大堰町四九

氏名(名称) 財団法人 應 用 科 学 研 究 所

理事長 近 藤 文 治

4. 代 理 人 〒530

住所(居所) 大阪府大阪市北区東天満2丁目6番2号

南森町中央ビル内

氏名(名称) (8361)弁理士 菅 原 弘 志

電話 (06)356-1439

5. 補正命令の日付

昭和60年1月29日(発送日)

6. 補正の対象

明細書の「4. 図面の簡単な説明」の欄



7. 補正の内容

(1) 明細書の第8頁第9行乃至第11行の「炭化タングステン〜である。」を「炭化タングステン蒸着被膜の結晶構造を表わす写真で、(a)は表面顕微鏡写真(×1000)および(b)は断面顕微鏡写真(×400)である。」と訂正する。

(以上)